



⑪ Numéro de publication : **0 543 722 A1**

⑫

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt : **92403094.3**

⑤① Int. Cl.<sup>5</sup> : **C12Q 1/26, G01N 33/14**

㉔ Date de dépôt : **18.11.92**

③① Priorité : **19.11.91 FR 9114521**

④③ Date de publication de la demande :  
**26.05.93 Bulletin 93/21**

⑧④ Etats contractants désignés :  
**DE ES FR IT PT**

⑦① Demandeur : **BIO SERAE LABORATOIRES SA**  
**2, rue des Tendes**  
**F-12400 Saint Affrique (FR)**

⑦② Inventeur : **Angele, Laurent**  
**Rue Ambroise Paré**  
**F-11310 Saissac (FR)**  
Inventeur : **Degre, Michel**  
**Las Tapios**  
**F-11170 Montolieu (FR)**

⑦④ Mandataire : **Barre, Philippe**  
**Cabinet Barre Laforgue et associés, 95 rue**  
**des Amidonniers**  
**F-31000 Toulouse (FR)**

⑤④ **Procédé et dispositif de mesure de l'activité Laccase dans les moûts par la méthode à la syringaldazine.**

⑤⑦ L'invention concerne un procédé de mesure de l'activité Laccase dans les moûts par la méthode à la syringaldazine, dans lequel on prélève une dose de moût, on la clarifie, on l'injecte sous pression au travers d'une résine apte à adsorber les anthocyanes et les tanins, on réalise un échantillon constitué de moût, de syringaldazine et d'une solution tampon, et on effectue des mesures colorimétriques de l'échantillon à partir desquelles on détermine l'activité Laccase. En outre, on réalise parallèlement un échantillon comportant du moût et une solution iodée, on vérifie la présence éventuelle de dioxyde de soufre dans cet échantillon, et on délivre un signal d'inhibition de la mesure de l'activité Laccase si le taux de dioxyde de soufre libre est supérieur à un seuil prédéterminé.

**EP 0 543 722 A1**

L'invention concerne un procédé et un dispositif de mesure de l'activité Laccase dans les moûts par la méthode à la syringaldazine.

L'état sanitaire de la vendange, en particulier le niveau de contamination des raisins par la pourriture grise ou *Botrytis cinerea*, constitue un critère déterminant dans l'appréciation de la qualité de la matière première en vinification.

Malgré cela, et en dépit des progrès dans les connaissances biochimiques acquises sur le métabolisme de *Botrytis*, aucune méthode analytique d'appréciation de l'état sanitaire de la vendange n'est à ce jour couramment utilisée dans la pratique.

En effet, à l'heure actuelle, l'appréciation de l'état sanitaire de la vendange est effectuée visuellement par notation du pourcentage de baies pourries par rapport au nombre total de baies. Toutefois, cette méthode présente de nombreuses lacunes, d'une part car la mécanisation des vendanges rend de plus en plus difficile la visualisation de la pourriture grise, et d'autre part, car il n'y a pas forcément corrélation exacte entre cette appréciation visuelle et l'activité réelle du *Botrytis cinerea* qui constitue le seul critère intéressant.

Pour pallier cet inconvénient, des recherches ont été menées en vue de mesurer dans le moût une activité enzymatique exo-cellulaire de *Botrytis cinerea*, caractéristique du développement de ce champignon dans le raisin et absente dans les baies saines.

Ces recherches ont conduit en premier lieu à la conclusion que la Laccase de *Botrytis cinerea* satisfait à cette condition, c'est-à-dire est caractéristique du développement de ce champignon, et en second lieu à la mise au point d'une méthode de mesure de l'activité Laccase.

Cette méthode de mesure est connue sous le nom de méthode à la syringaldazine et permet de déterminer par un test simple l'activité Laccase.

Toutefois, si cette méthode est actuellement très fiable au niveau d'un laboratoire, elle ne peut être utilisée en condition réelle de récolte en raison du temps nécessaire pour effectuer le test, incompatible avec les cadences d'arrivée de la vendange.

La présente invention vise à pallier cet inconvénient et a pour premier objectif principal de fournir un procédé et un dispositif de mesure de l'activité Laccase par la méthode à la syringaldazine, adaptés pour effectuer cette mesure de façon entièrement automatisée et rapide (de l'ordre de 2 mn).

Un autre objectif principal de l'invention est de fournir un procédé et un dispositif permettant de détecter toute tentative de fraude visant à fausser le résultat de la mesure de l'activité Laccase.

Un autre objectif de l'invention est de fournir un procédé et un dispositif ne demandant que des interventions humaines très ponctuelles pouvant être effectuées par le personnel déjà en place dans les caves coopératives et dont la fonction est d'effectuer les

relevés de pesée et de mesure d'alcool potentiel.

A cet effet, l'invention vise un procédé de mesure de l'activité Laccase dans les moûts par la méthode à la syringaldazine, caractérisé en ce qu'il consiste :

- a) à prélever un volume prédéterminé de moût,
- b) à clarifier le moût prélevé, et à injecter sous pression, le moût clarifié au travers d'un récipient renfermant une résine apte à adsorber les anthocyanes et les tanins,
- c) à récupérer deux doses d'un volume déterminé de moût "décoloré" par ladite résine,
- d) à réaliser un échantillon composé d'une des doses de moût et de doses prédéterminées de syringaldazine et de solution tampon,
- e) à effectuer à intervalle de temps prédéterminé deux mesures colorimétriques de l'échantillon à une longueur d'onde où la couleur rouge absorbe,
- f) à délivrer des signaux représentatifs des densités optiques relevées lors des deux mesures colorimétriques,
- g) à calculer l'activité Laccase en fonction de la différence entre les résultats des deux mesures colorimétriques,
- h) à délivrer vers des moyens d'affichage un signal représentatif de l'activité Laccase calculée,
- i) et en parallèle par rapport aux étapes d), e), f), g) et h) précitées,
- j) à réaliser un échantillon composé de l'autre dose de moût décoloré, et d'une dose prédéterminée de solution iodée, et à vérifier la présence éventuelle de dioxyde de soufre dans l'échantillon précité,
- k) et à délivrer un signal d'inhibition du résultat de la mesure de l'activité Laccase si la concentration en dioxyde de soufre est supérieure à un seuil prédéterminé.

Ce procédé permet, en premier lieu, d'apprécier objectivement et dès son arrivée sur le quai de réception, le degré d'attaque de la vendange par *Botrytis cinerea* et ainsi :

- . d'adopter un processus technologique de vinification,
- . d'optimiser la qualité des produits issus,
- . et de rémunérer en conséquence les adhérents.

En second lieu, la détection du taux de dioxyde de soufre éventuel par une mesure "tout ou rien" effectuée en temps masqué par rapport au dosage de l'activité Laccase, permet de se garantir contre tout risque de fraude. En effet, la présence d'un taux donné de dioxyde de soufre a pour résultat de fausser la mesure de l'activité Laccase et peut donc conduire à classer comme saine une vendange altérée.

Par ailleurs, ce dosage de l'activité Laccase ne requiert que quelques minutes (de l'ordre de 2 mn) du fait notamment que la décoloration du moût par la résine se fait très rapidement par injection de ce moût sous pression à travers ladite résine.

Selon une autre caractéristique de l'invention (j) :

j1) l'on effectue une mesure colorimétrique à blanc, d'étalonnage, à une longueur d'onde où la couleur bleue absorbe,

j2) l'on réalise un échantillon composé d'une dose prédéterminée de moût décoloré et de doses prédéterminées d'un indicateur coloré, tel que du thiodène, d'un acide tel que l'acide sulfurique, et d'iode,

j3) l'on effectue une mesure colorimétrique de l'échantillon à la longueur d'onde où la couleur bleue absorbe,

j4) l'on mesure la valeur correspondant à la différence de densité optique entre les deux mesures, et

(k) l'on délivre un signal d'inhibition du résultat de la mesure de l'activité Laccase si la valeur mesurée est supérieure à un seuil prédéterminé.

L'invention s'étend à un dispositif de mesure de l'activité Laccase comprenant :

- des moyens de prélèvement adaptés pour collecter une quantité prédéterminée de moût,
- des moyens de clarification du moût prélevé,
- un récipient doté d'une entrée de fluide et d'une sortie de fluide et renfermant une résine apte à adsorber les anthocyanes et les tanins, ledit récipient étant apte à laisser s'écouler le moût par la sortie de fluide et à retenir la résine,
- des moyens de mise en pression adaptés pour injecter sous pression le moût clarifié au travers du récipient renfermant la résine,
- des moyens de stockage de produits chimiques contenant notamment de la syringaldazine, une solution tampon, et une solution iodée,
- des premiers moyens de dosage adaptés pour réaliser un premier échantillon constitué de doses prédéterminées de moût décoloré, de syringaldazine et de solution tampon,
- des deuxièmes moyens de dosage adaptés pour réaliser un deuxième échantillon constitué de doses prédéterminées de moût décoloré et de solution iodée,
- des moyens de mesure colorimétrique adaptés pour effectuer des mesures de densité optique du premier échantillon, à une longueur d'onde où la couleur rouge absorbe,
- des moyens de mesure adaptés pour détecter la présence éventuelle de dioxyde de soufre dans le deuxième échantillon,
- des moyens de transmission aptes à transmettre des signaux représentatifs des résultats des mesures effectuées par les moyens de mesure précitées,
- des moyens de canalisation adaptés pour assurer le transfert du moût et des échantillons vers les moyens de mesure,
- et une unité centrale reliée aux moyens de transmission et adaptée, d'une part, pour acti-

ver successivement les moyens de prélèvement, les moyens de mise en pression, les moyens de dosage et les moyens de mesure et d'autre part, pour :

- commander à intervalle de temps déterminé, deux mesures colorimétriques du premier échantillon et calculer l'activité Laccase à partir des deux signaux délivrés par les moyens de mesure colorimétrique, puis délivrer un signal représentatif de ladite activité Laccase vers des moyens d'affichage,
- délivrer un signal d'inhibition de la mesure de l'activité Laccase, si la concentration en dioxyde de soufre dans le deuxième échantillon est supérieure à une valeur prédéterminée.

Selon une autre caractéristique de l'invention :

- les moyens de stockage de produits chimiques contiennent également un indicateur coloré tel que du thiodène, et un acide tel que l'acide sulfurique,
- les deuxièmes moyens de dosage sont adaptés pour réaliser un échantillon constitué de doses prédéterminées de moût décoloré, d'indicateur coloré, d'acide et de solution iodée,
- les moyens de mesure pour la détection de dioxyde de soufre sont des moyens de mesure colorimétrique à une longueur d'onde où la couleur bleue absorbe,
- l'unité centrale est adaptée pour commander une première mesure colorimétrique à blanc, d'étalonnage, des moyens de mesure colorimétrique, commander le transfert de l'échantillon vers lesdits moyens de mesure, commander une deuxième mesure colorimétrique, et calculer la concentration en dioxyde de soufre par mesure de la valeur correspondant à la différence entre les deux mesures effectuées.

De plus, selon un mode de réalisation préféré :

- les moyens de prélèvement comprennent des moyens de pompage aptes à amener le long d'une canalisation de pompage une quantité prédéterminée de moût à l'intérieur d'une cuve de stockage dotée d'une ouverture de remplissage et d'une ouverture d'évacuation,
- les moyens de clarification comprennent une crépine de filtration disposée au niveau de l'ouverture d'évacuation de la cuve de stockage.

En outre, et de façon avantageuse, la cuve de stockage et la canalisation de pompage sont reliées à des moyens d'alimentation en eau de rinçage et en air de séchage aptes à permettre le lavage et le séchage de ladite cuve et canalisation.

Par ailleurs, selon une autre caractéristique de l'invention, les premier et deuxième moyens de dosage comprennent un doseur de moût doté de deux chambres de dosage de volume prédéterminé, et des moyens de déplacement desdites chambres entre

une position de remplissage par le moût décoloré sortant du récipient, et une position de vidange vers les moyens de mesure respectifs de chaque échantillon.

Ce doseur comporte, de plus, préférentiellement, pour chaque échantillon :

- un fourreau présentant deux tronçons de sections différentes : un tronçon amont doté d'une ouverture de communication avec un récipient, et un tronçon aval de section supérieure à celle du tronçon amont, doté d'une ouverture de communication avec les moyens de mesure,
- un tiroir de section conjuguée de celle du tronçon amont du fourreau, comportant un tronçon intermédiaire de section inférieure à sa section courante, formant une chambre de dosage annulaire à l'intérieur dudit tronçon amont,
- des moyens d'étanchéité solidaires du tiroir et disposés de part et d'autre de la chambre de dosage,
- les moyens de déplacement étant adaptés pour déplacer les tiroirs entre une position de remplissage où les chambres de dosage sont disposées dans les tronçons amont desdits fourreaux en regard de l'ouverture de ces derniers, et une position de vidange où lesdites chambres de stockage sont disposées dans les tronçons aval de façon à permettre l'évacuation du moût au travers des ouvertures desdits tronçons aval.

En outre, ce doseur comporte, avantageusement, un bloc d'évacuation du moût comprenant :

- deux réservoirs agencés pour être alimentés respectivement par les premier et deuxième moyens de dosage en réactifs, et dotés d'une sortie d'évacuation des échantillons vers les moyens de mesure correspondants,
- deux conduits agencés pour venir en continuité chacun d'un fourreau, de façon à relier l'ouverture du tronçon aval de ce dernier à un réservoir.

Le dispositif selon l'invention comprend, par ailleurs, selon une autre caractéristique :

- des moyens de déplacement en translation des moyens de mesure aptes à les déplacer entre une position avancée de remplissage à l'aplomb du bloc d'évacuation du doseur, et une position reculée de mélange où les ouvertures de remplissage sont fermées par un obturateur fixe,
- des moyens de rotation des moyens de mesure autour de leur axe de translation.

Cette disposition permet de procéder au mélange des produits formant chaque échantillon avant les mesures. De plus, elle permet, avantageusement, de laver les enceintes de mesure à l'aide de moyens de rinçage et de séchage desdites enceintes de mesure, disposés de façon à assurer le lavage et le séchage de ces dernières dans leur position avancée, après

une rotation de 180° par rapport à leur position de remplissage.

Selon une autre caractéristique, le dispositif selon l'invention comprend, en outre :

- un magasin apte à loger une pluralité de récipients,
- des moyens de préhension individuelle d'un récipient dans le magasin,
- et des moyens de déplacement des moyens de préhension aptes à déplacer ces derniers entre une position de préhension d'un récipient, et une position où ledit récipient se trouve interposé entre les moyens de prélèvement et les moyens de dosage.

De plus, de façon préférentielle, ce dispositif comprend un récipient vide porté par les moyens de déplacement et agencé pour se trouver interposé entre la cuve de stockage et le doseur, dans la position de préhension des moyens de déplacement, de façon à permettre un lavage et un séchage du doseur par l'intermédiaire des moyens d'alimentation en eau de rinçage et en air de séchage de ladite cuve.

Un tel dispositif permet de minimiser le nombre d'interventions à effectuer par l'opérateur, à sa plus simple expression puisque ces interventions se limitent à :

- déclencher le cycle, par exemple, par une simple pression effectuée sur un bouton, engendrant le démarrage de ce cycle qui s'effectue jusqu'à l'affichage des résultats,
- à approvisionner le magasin de récipients,
- à renouveler périodiquement les réactifs.

D'autres caractéristiques, buts et avantages de l'invention ressortiront de la description détaillée qui suit en référence aux dessins annexés qui en représentent à titre d'exemple non limitatif un mode de réalisation préférentiel. Sur ces dessins qui font partie intégrante de la présente description :

- la figure 1 est une vue de face schématique, des moyens de prélèvement du moût, et des moyens de rinçage et de séchage desdits moyens de prélèvement,
- la figure 2 est une coupe transversale par un plan vertical en escalier A, des moyens de dosage et de mesure d'un dispositif conforme à l'invention,
- la figure 3 en est une coupe longitudinale par un plan vertical B, représentant le magasin, les moyens de préhension et de déplacement des récipients,
- la figure 4 en est une coupe transversale par un plan vertical en escalier C,
- la figure 5 est un schéma représentatif de l'ensemble des éléments constitutifs d'un dispositif conforme à l'invention,
- et la figure 6 est un logigramme de fonctionnement de ce dispositif.

Le dispositif représenté aux figures est destiné à

effectuer un dosage entièrement automatisé et rapide (de l'ordre de 2 mn) de l'activité Laccase sur les moûts, en application de la méthode à la syringaldazine. Ce dispositif permet donc, à partir d'une analyse hautement spécifique d'apprécier objectivement le degré d'attaque de la matière première par le *Botrytis cinerea*.

En outre, ce dispositif est adapté pour déterminer le taux de dioxyde de soufre libre par une mesure "tout ou rien" (comparaison par rapport à un seuil fixé, par exemple à 10 mg/litre de dioxyde de soufre libre) et ainsi de détecter toute fraude. En effet, la présence d'un taux donné de dioxyde de soufre a pour résultat de fausser la mesure de l'activité Laccase et peut donc conduire à classer comme saine une vendange altérée.

Le dispositif est, par ailleurs, conçu pour réaliser cette analyse de dioxyde de soufre et ce dosage de l'activité Laccase à partir d'un échantillon de moût de raisin, selon un cycle se décomposant en six étapes essentielles :

- le prélèvement du moût de raisin,
- la gestion d'un magasin d'approvisionnement de cartouches contenant de la P.V.P.P.,
- la filtration et la "décoloration" du moût filtré dans les cartouches à l'aide d'un circuit d'air sous pression qui force l'air à passer à travers la résine,
- le dosage de l'activité Laccase réalisé dans un module d'analyse par spectrophotométrie,
- l'analyse de dioxyde de soufre réalisée dans un deuxième module d'analyse par spectrophotométrie,
- et enfin, l'édition du résultat assurée par exemple par une micro-imprimante et/ou un afficheur digital.

Pour réaliser la première étape de prélèvement du moût de raisin, le dispositif comprend une pompe 1 refoulant dans une canalisation de pompage 2 sur laquelle sont interposées une électrovanne d'alimentation 3 et une électrovanne de mise à l'égout 4.

L'électrovanne de vidange 4 permet de raccorder la pompe 1 directement à l'égout tandis que l'électrovanne d'alimentation 3 est raccordée à l'ouverture de remplissage 5a d'une cuve de stockage 5 dotée par ailleurs d'une ouverture d'évacuation 5b, et d'une ouverture de vidange 5c raccordée à l'égout par l'intermédiaire d'une canalisation sur laquelle est interposée une électrovanne de vidange 6.

Cette cuve de stockage 5 comporte, en outre, en partie supérieure, une entrée 5d d'alimentation en air comprimé reliée à une source d'air comprimé (non représentée et pouvant consister en une source externe au dispositif ou une source livrée avec ce dernier) par l'intermédiaire d'une canalisation 7 obturée par une électrovanne 8.

Au niveau de sa sortie d'évacuation 5b, la cuve de stockage comporte une crépine de filtration 9 lo-

gée à l'intérieur de ladite cuve.

Cette sortie d'évacuation 5b est, par ailleurs, connectée à une conduite 10 dotée d'une électrovanne 11. Sur cette conduite 10 viennent, en outre, se raccorder une canalisation 12 dotée d'un piquage relié à une source d'alimentation en eau de rinçage par l'intermédiaire d'une électrovanne 13, et d'un piquage relié à la source d'air comprimé par l'intermédiaire d'une électrovanne 14.

Le moût aspiré par la pompe 1 est délivré vers la cuve de stockage 5, et est ensuite filtré par la crépine 9 et refoulé dans la canalisation 10 sous pression d'air comprimé admis au niveau de l'entrée 5d de ladite cuve.

Le moût ainsi refoulé sous pression passe au travers d'une cartouche 15 renfermant un mélange en parties égales de résine P.V.P.P. et de sable et est délivré vers l'entrée d'un doseur comportant deux chambres de dosage.

Chacune de ces cartouches comporte deux extrémités, dotées de pastilles percées d'une perforation centrale apte à permettre une circulation du moût et, interposées entre lesdites pastilles et selon le sens d'écoulement du moût, au moins deux couches de matériau de filtration de porosité décroissante, une épaisseur de résine constituée de polyvinylpyrrolidone additionnée de sable, et au moins une couche de matériau apte à retenir la résine et à laisser s'écouler le moût.

Chaque cartouche 15 assure donc, d'une part, une filtration additionnelle du moût et, d'autre part, la décoloration de ce dernier par la résine.

Afin d'assurer le remplacement de la cartouche 15 après chaque mesure, le dispositif comprend un magasin 16 de stockage desdites cartouches, des moyens de préhension d'une des cartouches logée dans ce magasin 16, et des moyens de déplacement aptes à amener ladite cartouche soit en regard de la canalisation 10, soit en regard d'une buse d'air comprimé 17 permettant de l'éjecter après usage dans un tube 18 de récupération des cartouches usagées.

En premier lieu, le magasin de stockage 16 présente la forme d'un entonnoir de forme triangulaire et de largeur constante égale à la longueur des cartouches 15. Cet entonnoir comporte, en partie basse, une ouverture permettant l'évacuation de deux ou trois cartouches.

Les moyens de préhension comprennent, quant à eux, deux rails 19 horizontaux et parallèles s'étendant sous l'ouverture du magasin 15, et dotés, en regard, de deux encoches 20 de formes conjuguées de la section d'une cartouche 15 aptes à loger une cartouche se présentant au droit de l'ouverture du magasin 16.

Ces deux rails 19 sont, en outre, reliés vers leur extrémité, par un tube vide 21 de même diamètre que celui d'une cartouche, s'étendant entre deux orifices

de diamètre conjugué, ménagés dans chacun desdits rails. Ce tub 21 est disposé de façon à se trouver en regard de la canalisation 10 lorsque la cartouche 15 usagée se trouve en regard de la buse 17 en vue de son éjection dans le tube de récupération 18.

En outre, les moyens de déplacement comprennent un vérin 22 agencé horizontalement et dont la tige est solidarisée à une entretoise 23 reliant les rails 19 au droit des encoches 20. Ce vérin 22 est en plus asservi à des moyens de détection de fin de course comportant un contact 24 à sabot, et une lame souple 25 articulée vers une de ses extrémités, et agencée pour pivoter vers le haut et activer le contact 24 lorsqu'elle rencontre une cartouche 15 ou le tube vide 21.

Comme indiqué plus haut, le dispositif comprend, en aval de la cartouche 15 et dans le sens d'écoulement du moût, un doseur 26 comportant un bloc de dosage 27 doté de deux chambres de dosage telles que 28, un bloc 29 d'évacuation du moût, et des moyens 30 de déplacement des chambres de stockage 28 entre une position de remplissage et une position d'évacuation.

En outre, ce doseur 26 est porté par un bâti comportant une paroi verticale 31 solidarisée sur l'extrémité de la tige d'un vérin 32 agencé horizontalement, et dont le corps est lui-même fixé sur une paroi verticale fixe 33.

Ce vérin 32 a pour but de déplacer le doseur 26 selon une translation horizontale de façon à permettre de le reculer en vue du déplacement des rails 29 et de l'avancer une fois qu'une cartouche 15 ou le tube 21 se trouve en position en regard dudit doseur.

Le doseur 26 comprend, en premier lieu, un bloc de dosage 27 percé longitudinalement de deux fourreaux verticaux 35 dans chacun desquels débouche radialement un conduit horizontal 36 agencé pour permettre au moût sortant de la cartouche 15 de se déverser dans lesdits fourreaux.

En outre, chacun de ces fourreaux 35 comporte, en partie basse, un tronçon 35a de diamètre supérieur à son diamètre courant.

Le doseur 26 comprend, de plus, deux tiroirs 37 de diamètre conjugué du diamètre courant des fourreaux 35 agencés pour venir se loger dans lesdits fourreaux. Chacun de ces tiroirs 37 comporte, en outre, un tronçon intermédiaire de diamètre inférieur à son diamètre courant, délimitant à l'intérieur du fourreau 35 une chambre de dosage annulaire 28 d'une capacité de 1 cm<sup>3</sup>.

De plus, deux joints d'étanchéité annulaires 38, 39 portés par chaque tiroir 37 de part et d'autre de la chambre de dosage 28, permettent d'assurer l'étanchéité de cette dernière lorsqu'elle se trouve dans le tronçon supérieur du fourreau 35.

Les deux tiroirs 37 sont, par ailleurs, fixés sous une platine horizontale 40 disposée au-dessus du bloc de dosage 34. Cette platine 40 est elle-même solidaire de l'extrémité de la tige d'un vérin 30 agencé

verticalement au-dessus du bloc de dosage 34, et dont le corps est porté par la paroi verticale 31.

Un tel vérin 30 est adapté pour déplacer les tiroirs 37 de façon que les chambres de dosage 28 viennent, soit dans une position haute de remplissage où elles se trouvent en communication avec le conduit 36, soit dans une position basse d'évacuation où lesdites chambres se trouvent à l'intérieur du tronçon bas 35a, de diamètre supérieur, du fourreau 35, autorisant l'évacuation du moût par gravité.

Par ailleurs, deux axes de butée horizontaux 42, fixés sur la paroi verticale 33 et s'étendant au travers d'orifices ménagés dans la paroi verticale 31, sont disposés de façon à servir de butée haute à la platine 40 lorsque le doseur 26 se trouve accolé à une cartouche 15, cette butée haute correspondant à la position de remplissage des chambres de dosage 28.

Par contre, le tube vide 21 et l'extrémité des rails 29 sont adaptés pour que le doseur 26 se trouve dans une position plus avancée lorsqu'il se trouve accolé audit tube, que lors de sa position accolée contre une cartouche 15, de façon que les axes de butée 42 soient inopérants, c'est-à-dire de façon que la platine 40 se déplace verticalement devant l'extrémité de ces axes.

Cet agencement permet de remonter les chambres de dosage 28 au-dessus du conduit 36 et, par conséquent, autorise le lavage et le séchage du tronçon inférieur des fourreaux 35, tel que décrit plus loin.

Le doseur 26 comporte, enfin, un bloc d'évacuation 29 fixé sous le bloc de dosage 27 et de section horizontale supérieure à celle dudit bloc de dosage. Ce bloc d'évacuation 29 comporte, en premier lieu, deux réservoirs 44 en forme d'entonnoirs à axes verticaux, débouchant respectivement au droit des faces supérieures et inférieures dudit bloc.

Il comporte, en outre, deux conduits obliques 45 reliant chacun l'extrémité basse d'un fourreau 35 à un réservoir 44 et autorisant l'écoulement du moût par gravité vers lesdits réservoirs.

Ces réservoirs 44 sont destinés à être alimentés en réactifs au moyen de distributeurs 46 connus sous le nom de pipettes de dosage, renfermant chacune un réactif, et réglées de façon à délivrer chacune une dose prédéterminée de réactif lors de l'actionnement du piston 46a desdites pipettes.

Ces pipettes, au nombre de cinq, comportent chacune une sortie de fluide reliée à un des réservoirs 44, et une entrée de fluide alimentée à partir de moyens de stockage (non représentés).

Ces moyens de stockage consistent en cinq flacons, un par pipette, renfermant respectivement une solution tampon constituée d'acétate de sodium 0,1 M à pH 5, de la syringaldazine à 60 mg/litre, de l'acide sulfurique, du thiodène, et une solution iodée composée d'un mélange d'iodure et d'iodate de potassium.

Ces pipettes sont portées par une plaque inclinée 47 disposée à distance au-dessus d'une plate-forme

48 formant la plate-forme de base du dispositif. L'actionnement des pistons 46a de ces pipettes est réalisé au moyen d'une plaque 49 articulée sur la plate-forme 47 et dotée, en regard de chaque extrémité de piston 46a, d'un doigt 50 apte à venir en contact avec ledit piston et à le repousser lors d'un pivotement de la plaque articulée 49.

Ce pivotement de la plaque est assuré par un système manivelle 51/bielle 52 articulé à mi-hauteur de ladite plaque et actionné par un moteur 53.

Le dispositif comprend, par ailleurs, un bloc de mesure 54 portant deux enceintes de mesure 55 et 56 intégrées dans ledit bloc et débouchant au niveau de la face supérieure de ce dernier. Ce bloc de mesure 54 renferme, en outre, une diode électroluminescente apte à émettre à une longueur d'onde de 665 nm vers une des enceintes de mesure 56 permettant la mesure de la concentration en dioxyde de soufre.

Ce bloc de mesure 54 renferme enfin une lampe à incandescence 57 associée à un filtre apte à permettre l'émission à une longueur d'onde de 530 nm vers l'autre enceinte de mesure 55 permettant les mesures de l'activité Laccase.

Cette lampe à incandescence 57 est, en outre, associée à des moyens de régulation de son intensité aptes à permettre de maintenir les échantillons renfermés dans les enceintes de mesure 55, 56, à une température de 37° C environ.

Ce bloc de mesure 54 est porté par un axe 58, dont l'extrémité 58a opposée au bloc présente la forme d'une crémaillère coopérant avec un pignon 59. Ce système pignon 59/crémaillère 58a est apte à engendrer un déplacement horizontal dudit axe et donc du bloc de mesure entre une position avancée où les enceintes de mesure 55, 56 se trouvent sous les réservoirs 44 permettant le remplissage desdites enceintes par gravité, et une position reculée où les enceintes de mesure 55, 56 se trouvent coiffées d'un obturateur 60 apte à assurer l'étanchéité de ces dernières.

Le bloc de mesure 54 est, par ailleurs, associé à des moyens de mise en rotation dudit bloc autour d'un axe horizontal.

Ces moyens de mise en rotation comprennent un rotor 61 solidaire d'une couronne porte-obturateur 60, traversé par l'axe 58 et monté rotatif dans une cage fixe 62 par l'intermédiaire de roulements à billes 63.

Ce rotor 61 est, en outre, solidaire d'un pignon (non représenté) entraîné en rotation au moyen d'une courroie sans fin 64 entraînée par un pignon moteur 65 solidaire de l'arbre d'un moteur 66.

Enfin, le bloc de mesure est associé à deux ensembles de rinçage et de séchage destinés à coopérer chacun avec une enceinte de mesure 55, 56.

Ces deux ensembles comprennent chacun une buse 67 de soufflage d'air comprimé, et un injecteur d'eau 68 disposés de façon à se trouver sous le bloc de mesure 54 à l'aplomb des enceintes 55, 56, dans

la position avancée dudit bloc et après rotation de 180° de ce dernier visant à assurer la vidange desdites enceintes.

Le logigramme de fonctionnement du dispositif décrit ci-dessus est représenté à la figure 6.

En premier lieu, deux actions sont menées en parallèle, à savoir la mise en place d'une nouvelle cartouche 15 et le prélèvement de moût.

La mise en place d'une cartouche nécessite dans un premier temps de positionner le doseur 26 dans sa position reculée par rétraction du vérin 32. Le vérin 22 est alors déployé jusqu'à ce que la cartouche parvienne en regard de la canalisation 10, cette position étant détectée par le contact 24. Le doseur 26 est alors avancé par déploiement du vérin 32 de façon que la canalisation 10, la cartouche 25 et le conduit 36 soient en liaison étanche.

Le prélèvement du moût consiste, en premier lieu, à enclencher la pompe 1, l'électrovanne d'alimentation 3 étant fermée et l'électrovanne de vidange 4 étant ouverte, de façon à chasser le liquide subsistant dans la canalisation de pompage 2.

Ensuite, l'électrovanne d'alimentation 3 est ouverte, et l'électrovanne de vidange fermée de façon à délivrer le moût vers la cuve de stockage 5.

Une fois la pompe 1 arrêtée, l'électrovanne 11 est ouverte et, après une temporisation, l'électrovanne 8 d'admission d'air comprimé est également ouverte entraînant l'injection du moût sous pression au travers de la cartouche 15 vers les chambres de dosage 28, le doseur 26 étant en position haute. Enfin, après une temporisation, l'électrovanne 11 est fermée.

Par la suite, trois séries d'actions sont menées en parallèle.

La première de ces séries consiste, dans un premier temps, à doser les différents produits. Ce dosage consiste, en ce qui concerne le moût, à amener le doseur 26 en position basse au moyen du vérin 30 de façon à permettre aux deux doses de moût de s'écouler par gravité vers les enceintes de mesure 55, 56 disposées à l'aplomb du bloc d'évacuation 29.

Simultanément, les pipettes 46 sont activées par l'intermédiaire de la plaque 49 et du système manivelle 51/bielle 52.

En ce qui concerne l'échantillon destiné à permettre la mesure de l'activité Laccase, celui-ci est composé d'un centimètre cube de moût décoloré, de 0,6 centimètre cube de syringaldazine à 60 mg/litre et de 1,4 centimètre cube d'acétate de sodium 0,1 M à pH 5.

L'échantillon destiné à la mesure de concentration en dioxyde de soufre comporte, quant à lui, un centimètre cube de moût décoloré, 1 centimètre cube d'acide sulfurique, 0,5 centimètre cube de thiodène, et 0,5 centimètre cube d'un mélange d'iodure et d'iodate de potassium.

Il est à noter que, préalablement au remplissage de l'enceinte de mesure 56 recevant l'échantillon

pour le dosage de dioxyde de soufre, il est effectué une première mesure à blanc d'étalonnage.

Après une temporisation permettant l'écoulement des produits dans les enceintes de mesure 55, 56, le bloc de mesure 54 est reculé jusqu'à ce que les dites enceintes soient coiffées des obturateurs 60.

Le moteur 66 est alors activé alternativement selon un sens de rotation puis selon un sens inverse, de façon à permettre un parfait mélange des produits.

Les mesures de l'activité Laccase et de la détection de présence de dioxyde de soufre sont alors effectuées puis les résultats affichés. Ces mesures consistent, pour l'activité Laccase, à effectuer deux mesures successives par exemple 45 s et 1,15 mn après l'arrêt du mélange. Pour la mesure de dioxyde de soufre, elles consistent à effectuer une seule mesure.

L'étape suivante, d'évacuation des produits est réalisée en faisant pivoter le bloc de mesure 54 de 180° puis en faisant avancer ce dernier au moyen du système crémaillère 58a/pignon 59.

Une fois les enceintes 56, 57 vides, elles sont rincées à l'eau puis séchées à l'air comprimé par l'ensemble buse 67/injecteur 68.

Enfin, le bloc de mesure 54 est ramené sous le bloc d'évacuation 29 dans sa position d'attente d'arrivée de nouveaux échantillons.

La deuxième série d'actions consiste, dans un premier temps, à assurer la vidange, le lavage et le séchage de la cuve de stockage 5.

A cet effet, en premier lieu, l'électrovanne de vidange 6 est ouverte et le moût est chassé de la cuve 5 vers l'égout sous pression d'air comprimé.

Ensuite l'électrovanne 13 d'amenée d'eau est ouverte entraînant le lavage de la cuve 5. L'électrovanne de vidange 6 est alors fermée et les électrovannes d'alimentation 3 et de mise à l'égout 4 ouvertes assurant le lavage de la totalité de la cuve 5 et des canalisations reliant ces électrovannes.

Enfin, les mêmes opérations que celles de lavage sont réalisées au moyen d'air de séchage après ouverture de l'électrovanne 14.

Dans un deuxième temps, on procède au lavage du doseur 26.

Ce lavage est réalisé en avançant le doseur 26 au contact du tube vide 21. Ce lavage est assuré par ouverture de l'électrovanne d'amenée d'eau 13, l'électrovanne 11 interposée sur la conduite 10 étant ouverte. Il est effectué, en premier lieu, le doseur 26 étant en haut et les chambres de dosage 28 se trouvant donc au-dessus de la conduite 36, puis en second lieu, le doseur 26 étant en bas de façon à laver les chambres de dosage 28.

Le rinçage par air comprimé est réalisé ensuite en réalisant les mêmes étapes que précédemment après ouverture de l'électrovanne 14 d'amenée d'air.

Enfin, la troisième série d'actions est destinée à l'éjection de la cartouche 15 précédemment utilisée.

Cette opération consiste à amener ladite cartouche en regard de la buse d'air comprimé 17, position qui correspond, en outre, à un positionnement du doseur 26 en regard du tube vide 21 permettant le lavage du dit doseur.

Une fois la cartouche 15 en regard de la buse 17, un jet d'air entraîne l'éjection de cette dernière dans le tube de récupération 18.

Toutes les opérations ci-dessus décrites sont réalisées dans un laps de temps de l'ordre de 2 mn et permettent, entre deux mesures, de laver et de rincer la totalité de l'installation de façon qu'une mesure ne soit pas altérée par la présence de moût ou de produits utilisés pour la mesure précédente.

## Revendications

1/ - Procédé de mesure de l'activité Laccase dans les moûts par la méthode à la syringaldazine, caractérisé en ce qu'il consiste :

- a) à prélever un volume prédéterminé de moût,
- b) à clarifier le moût prélevé, et à injecter sous pression, le moût clarifié au travers d'un récipient (15) renfermant une résine apte à adsorber les anthocyanes et les tanins,
- c) et à récupérer deux doses d'un volume déterminé de moût "décoloré" par ladite résine,
- d) à réaliser un échantillon composé d'une des doses de moût et de doses prédéterminées de syringaldazine et de solution tampon,
- e) à effectuer à intervalle de temps prédéterminé deux mesures colorimétriques de l'échantillon à une longueur d'onde où la couleur rouge absorbe,
- f) à délivrer des signaux représentatifs des densités optiques relevées lors des deux mesures colorimétriques,
- g) à calculer l'activité Laccase en fonction de la différence entre les résultats des deux mesures colorimétriques,
- h) à délivrer vers des moyens d'affichage un signal représentatif de l'activité Laccase calculée,
- i) et en parallèle par rapport aux étapes d), e), f), g) et h) précitées,
- j) à réaliser un échantillon composé de l'autre dose de moût décoloré, et d'une dose prédéterminée de solution iodée, et à vérifier la présence éventuelle de dioxyde de soufre dans l'échantillon précité,
- k) et à délivrer un signal d'inhibition du résultat de la mesure de l'activité Laccase si la concentration en dioxyde de soufre est supérieure à un seuil prédéterminé.

2/ - Procédé selon la revendication 1 dans lequel on effectue les mesures colorimétriques à une longueur d'onde égale à 530 nm.

3/ - Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce que (j) :



j1) l'on effectue une mesure colorimétrique à blanc, d'étalonnage, à une longueur d'onde où la couleur bleue absorbe,

j2) l'on réalise un échantillon composé d'une dose prédéterminée de moût décoloré et de doses prédéterminées d'un indicateur coloré, tel que du thiodène, d'un acide tel que l'acide sulfurique, et d'iode,

j3) l'on effectue une mesure colorimétrique de l'échantillon à la longueur d'onde où la couleur bleue absorbe,

j4) l'on mesure la valeur correspondant à la différence de densité optique entre les deux mesures, et

(k) : l'on délivre un signal d'inhibition du résultat de la mesure de l'activité Laccase si la valeur mesurée est supérieure à un seuil prédéterminé.

4/ - Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce que (j) l'on effectue les mesures colorimétriques à une longueur d'onde égale à 665 nm.

5/ - Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que :

a) on prélève le volume de moût par aspiration au moyen d'une pompe (1), et on délivre ledit volume vers une cuve de stockage (5),

b) on évacue le moût hors de la cuve (5) vers le récipient (15), sous pression d'air comprimé délivré à l'intérieur de ladite cuve, et on clarifie ledit moût, lors de cette évacuation, au moyen d'une crépine de filtration (9),

c) on récupère le moût "décoloré" par la résine dans deux chambres de dosage (28) présentant chacune un volume déterminé.

6/ - Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que l'on procède à une filtration supplémentaire du moût au moyen de couches accolées de matériaux présentant une porosité décroissante, selon le sens d'écoulement du moût, disposés dans le récipient (15) en amont de la résine.

7/ - Procédé selon l'une des revendications 5 ou 6 caractérisé en ce que (d) et (j) on réalise les échantillons en laissant s'écouler, par gravité, les deux doses de moût récupérées dans les chambres de dosage (28) vers deux enceintes de mesure (55, 56), et en délivrant vers chacune desdites enceintes les doses prédéterminées de réactifs.

8/ - Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que parallèlement aux étapes (d), (j), d'une part, on procède à un lavage et à un séchage de la cuve de stockage (5) et des canalisations (2) de pompage de moût, et d'autre part, on évacue le récipient (15) utilisé pour décolorer le moût.

9/ - Procédé selon l'une des revendications 7 ou 8 caractérisé en ce que l'on procède à un chauffage des échantillons se trouvant dans les enceintes de mesure (55, 56) de façon à amener ces derniers à une température sensiblement égale à 37° C.

10/ - Procédé selon l'une des revendications pré-

cédentes caractérisé en ce que (d) on réalise un échantillon composé d'un centimètre cube de moût décoloré, de 0,6 centimètre cube de syringaldazine à 60 mg/litre et de 1,4 centimètre cube de solution tampon constituée d'acétate de sodium 0,1 M à pH 5.

11/ - Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce que (j2) l'on réalise un échantillon composé d'un centimètre cube de moût décoloré, d'un centimètre cube d'acide sulfurique, de 0,5 centimètre cube de thiodène et d'une dose de 0,5 centimètre cube de solution iodée.

12/ - Procédé selon la revendication 11 caractérisé en ce que l'on utilise une solution iodée composée d'un mélange d'iodure et d'iodate de potassium.

13/ - Procédé selon l'une des revendications 7, 8 ou 9 caractérisé en ce que, préalablement aux mesures, on éloigne les enceintes de mesure (55, 56) des chambres de dosage (28), on obture lesdites enceintes et on procède à une agitation de ces dernières.

14/ - Procédé selon les revendications 8 et 13 prises ensemble, caractérisé en ce que, en parallèle des étapes de mesure et après éloignement des enceintes de mesure (55, 56) :

- on dispose en lieu et place du récipient (15) évacué, un conduit (21) apte à assurer une communication entre la cuve de stockage (5) et les chambres de dosage (28),

- on procède au lavage et au séchage, d'une part, des canalisations (10) de liaison entre lesdites cuve de stockage et chambres de dosage, et d'autre part, des chambres de dosage (28).

15/ - Procédé selon la revendication 13 caractérisé en ce que, après réalisation des mesures, on videra par gravité les enceintes de mesure (55, 56), et on procède au lavage et au séchage desdites enceintes.

16/ - Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que l'on utilise, comme résine, de la polyvinylpyrrolidone (P.V.P.P.) additionnée de sable destiné à améliorer sa porosité et la percolation.

17/ - Dispositif de mesure de l'activité Laccase en vue de la mise en oeuvre du procédé conforme à l'une des revendications 1 à 16 caractérisé en ce qu'il comprend en combinaison :

- des moyens de prélèvement (1) adaptés pour collecter une quantité prédéterminée de moût,
- des moyens (9) de clarification du moût prélevé,

- un récipient (15) doté d'une entrée de fluide et d'une sortie de fluide et renfermant une résine apte à adsorber les anthocyanes et les tanins, ledit récipient étant apte à laisser s'écouler le moût par la sortie de fluide et à retenir la résine,

- des moyens (8) de mise en pression adaptés pour injecter sous pression le moût clarifié au travers du récipient (15) renfermant la résine,

- des moyens de stockage (46) de produits chimiques contenant notamment de la syringaldazine, une solution tampon, et une solution iodée,
  - des premiers moyens de dosage (26, 46) adaptés pour réaliser un premier échantillon constitué de doses prédéterminées de moût décoloré, de syringaldazine et de solution tampon,
  - des deuxièmes moyens de dosage (26, 46) adaptés pour réaliser un deuxième échantillon constitué de doses prédéterminées de moût décoloré et de solution iodée,
  - des moyens (55) de mesure colorimétrique adaptés pour effectuer des mesures de densité optique du premier échantillon, à une longueur d'onde où la couleur rouge absorbe,
  - des moyens de mesure (56) adaptés pour détecter la présence éventuelle de dioxyde de soufre dans le deuxième échantillon,
  - des moyens de transmission aptes à transmettre des signaux représentatifs des résultats des mesures effectuées par les moyens de mesure (55, 56) précitées,
  - des moyens de canalisation (2, 10, 44, 45) adaptés pour assurer le transfert du moût et des échantillons vers les moyens de mesure (55, 56),
  - et une unité centrale reliée aux moyens de transmission et adaptée, d'une part, pour activer successivement les moyens de prélèvement (1), les moyens de mise en pression (8), les moyens de dosage (26, 46) et les moyens de mesure (55, 56) et d'autre part, pour :
    - commander à intervalle de temps déterminé, deux mesures colorimétriques du premier échantillon et calculer l'activité Laccase à partir des deux signaux délivrés par les moyens de mesure colorimétrique, puis délivrer un signal représentatif de ladite activité Laccase vers des moyens d'affichage,
    - délivrer un signal d'inhibition de la mesure de l'activité Laccase, si la concentration en dioxyde de soufre dans le deuxième échantillon est supérieure à une valeur prédéterminée.
- 18/** - Dispositif selon la revendication 17 caractérisé en ce que :
- les moyens de stockage de produits chimiques contiennent également un indicateur coloré tel que du thiodène, et un acide tel que l'acide sulfurique,
  - les deuxièmes moyens de dosage (24, 46) sont adaptés pour réaliser un échantillon constitué de doses prédéterminées de moût décoloré, d'indicateur coloré, d'acide et de solution iodée,
  - les moyens de mesure (56) pour la détection de dioxyde de soufre sont des moyens de mesure colorimétrique (70) à une longueur d'onde où la

- couleur bleue absorbe,
- l'unité centrale est adaptée pour commander une première mesure colorimétrique à blanc, d'étalonnage, des moyens de mesure colorimétrique (56), commander le transfert de l'échantillon vers lesdits moyens de mesure, commander une deuxième mesure colorimétrique, et calculer la concentration en dioxyde de soufre par mesure de la valeur correspondant à la différence entre les deux mesures effectuées.

**19/** - Dispositif selon l'une des revendications 17 ou 18 caractérisé en ce que :

- les moyens de prélèvement comprennent des moyens de pompage (1) aptes à amener le long d'une canalisation de pompage (2) une quantité prédéterminée de moût à l'intérieur d'une cuve de stockage (5) dotée d'une ouverture de remplissage (5a) et d'une ouverture d'évacuation (5b),
- les moyens de clarification comprennent une crépine de filtration (9) disposée au niveau de l'ouverture d'évacuation (5b) de la cuve de stockage (5).

**20/** - Dispositif selon la revendication 19, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens de filtration additionnels composés de couches accolées de matériaux de porosité décroissante, disposées dans chaque récipient (15), en amont de la résine.

**21/** - Dispositif selon l'une des revendications 19 ou 20, caractérisé en ce que la cuve de stockage (5) et la canalisation de pompage (2) sont reliées à des moyens (13, 14) d'alimentation en eau de rinçage et en air de séchage aptes à permettre le lavage et le séchage desdites cuve et canalisation.

**22/** - Dispositif selon l'une des revendications 19 à 21, caractérisé en ce que les moyens de mise en pression comprennent une canalisation (7) d'alimentation en air comprimé raccordée à la cuve de stockage (5) en vue de permettre une mise en pression de cette dernière entraînant une évacuation sous pression du moût au travers de l'ouverture d'évacuation (5b).

**23/** - Dispositif selon l'une des revendications 17 à 22, caractérisé en ce que les premier et deuxième moyens de dosage comprennent un doseur de moût (26) doté de deux chambres de dosage (28) de volume prédéterminé, et des moyens de déplacement (30) desdites chambres entre une position de remplissage par le moût décoloré sortant du récipient (15), et une position de vidange vers les moyens (55, 56) de mesure respectifs de chaque échantillon.

**24/** - Dispositif selon la revendication 23, caractérisé en ce que le doseur (26) comporte, pour chaque échantillon :

- un fourreau (35) présentant deux tronçons de sections différentes : un tronçon amont doté d'une ouverture (36) de communication avec

un récipient (15), et un tronçon aval (35a) de section supérieure à celle du tronçon amont, doté d'une ouverture de communication avec les moyens de mesure (55, 56),

- un tiroir (37) de section conjuguée de celle du tronçon amont du fourreau (35), comportant un tronçon intermédiaire de section inférieure à sa section courante, formant une chambre de dosage annulaire (28) à l'intérieur dudit tronçon amont,
- des moyens d'étanchéité (38, 39) solidaires du tiroir (37) et disposés de part et d'autre de la chambre de dosage (28),
- les moyens de déplacement (30) étant adaptés pour déplacer les tiroirs (37) entre une position de remplissage où les chambres de dosage (28) sont disposées dans les tronçons amont desdits fourreaux en regard de l'ouverture de ces derniers, et une position de vidange où lesdites chambres de stockage sont disposées dans les tronçons aval (35a) de façon à permettre l'évacuation du moût au travers des ouvertures desdits tronçons aval.

**25/** - Dispositif selon la revendication 24, caractérisé en ce que le doseur (26) comporte un bloc (29) d'évacuation du moût comprenant :

- deux réservoirs (44) agencés pour être alimentés respectivement par les premier et deuxième moyens de dosage (46) en réactifs, et dotés d'une sortie d'évacuation des échantillons vers les moyens de mesure (55, 56) correspondants,
- deux conduits (45) agencés pour venir en continuité chacun d'un fourreau (35), de façon à relier l'ouverture du tronçon aval (35a) de ce dernier à un réservoir (44).

**26/** - Dispositif selon la revendication 25, caractérisé en ce que le doseur (26) et le bloc d'évacuation (29) sont agencés pour permettre une évacuation par gravité des produits vers les moyens de mesure (55, 56).

**27/** - Dispositif selon l'une des revendications 25 ou 26, caractérisé en ce que les moyens de mesure comprennent deux enceintes de mesure (55, 56) dotées chacune d'une ouverture de remplissage agencée pour venir en communication avec une sortie d'évacuation du bloc d'évacuation (29) du doseur (26).

**28/** - Dispositif selon la revendication 27, caractérisé en ce qu'il comprend :

- des moyens (58, 59) de déplacement en translation des moyens de mesure (55, 56) aptes à les déplacer entre une position avancée de remplissage à l'aplomb du bloc d'évacuation (29) du doseur (26), et une position reculée de mélange où les ouvertures de remplissage sont fermées par un obturateur fixe (60),
- des moyens de rotation (61, 63-66) des

moyens de mesure (55, 56) autour de leur axe de translation.

**29/** - Dispositif selon la revendication 28, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens de rinçage (67) et de séchage (68) des enceintes de mesure (55, 56), disposés de façon à assurer le lavage et le séchage de ces dernières dans leur position avancée, après une rotation de 180° par rapport à leur position de remplissage.

**30/** - Dispositif selon l'une des revendications 27 à 29, caractérisé en ce que les moyens de mesure comportent :

- une enceinte de mesure (56) associée à une diode électro-luminescente apte à permettre des mesures à une longueur d'onde égale à 635 nm pour la détection de dioxyde de soufre,
- une enceinte de mesure (55) associée à une lampe incandescente (57) et à un filtre aptes à permettre des mesures à une longueur d'onde égale à 530 nm pour la mesure de l'activité Lac-case,
- des moyens de régulation de l'intensité de la lampe incandescente (57) aptes à permettre de maintenir la température des enceintes de mesure (55, 56) à une valeur sensiblement égale à 37° C.

**31/** - Dispositif selon l'une des revendications 25 à 30, caractérisé en ce que les moyens de dosage en réactifs comprennent, pour chaque réactif, une pipette de dosage (46) dotée d'une sortie de liquide reliée à un des réservoirs (44), d'un piston (46a) associé à des moyens (49-53) d'actionnement mécanique dudit piston, et d'une entrée de liquide reliée à un des moyens de stockage en réactif.

**32/** - Dispositif selon l'une des revendications 17 à 31, caractérisé en ce qu'il comprend :

- un magasin (16) apte à loger une pluralité de récipients (15),
- des moyens (19, 20) de préhension individuelle d'un récipient (15) dans le magasin (16),
- et des moyens (22) de déplacement des moyens de préhension (19, 20) aptes à déplacer ces derniers entre une position de préhension d'un récipient (15), et une position où ledit récipient se trouve interposé entre les moyens de prélèvement et les moyens de dosage.

**33/** - Dispositif selon la revendication 32 et les revendications 21 et 23 prises ensemble, caractérisé en ce qu'il comprend un récipient vide (21) porté par les moyens de préhension (19, 20) et agencé pour se trouver interposé entre la cuve de stockage (5) et le doseur (26), dans la position de préhension des moyens de déplacement (22), de façon à permettre un lavage et un séchage du doseur (26) par l'intermédiaire des moyens d'alimentation en eau de rinçage (13) et en air de séchage (14) de ladite cuve.

**34/** - Dispositif selon la revendication 33, caractérisé en ce que :

- le magasin (16) présente une forme en entonnoir de longueur conjuguée de la longueur d'un récipient,
- les moyens de préhension comprennent deux rails (19) dotés en regard d'une encoche transversale (20) apte à loger un récipient (15) et reliés, à distance de ladite première encoche, par un tube vide (21) de forme conjuguée d'un récipient (15) communiquant avec deux orifices de formes conjuguées ménagés dans lesdits rails.

**35/** - Dispositif selon l'une des revendications 17 à 33, caractérisé en ce que chaque récipient (15) est constitué d'une cartouche comportant deux extrémités dotées de pastilles percées d'une perforation centrale apte à permettre une circulation du moût et, interposées entre lesdites pastilles et selon le sens d'écoulement du moût, au moins deux couches de matériau de filtration de porosité décroissante, une épaisseur de résine constituée de polyvinylpolypyrrolidone additionnée de sable, et au moins une couche de matériau apte à retenir la résine et à laisser s'écouler le moût.

25

30

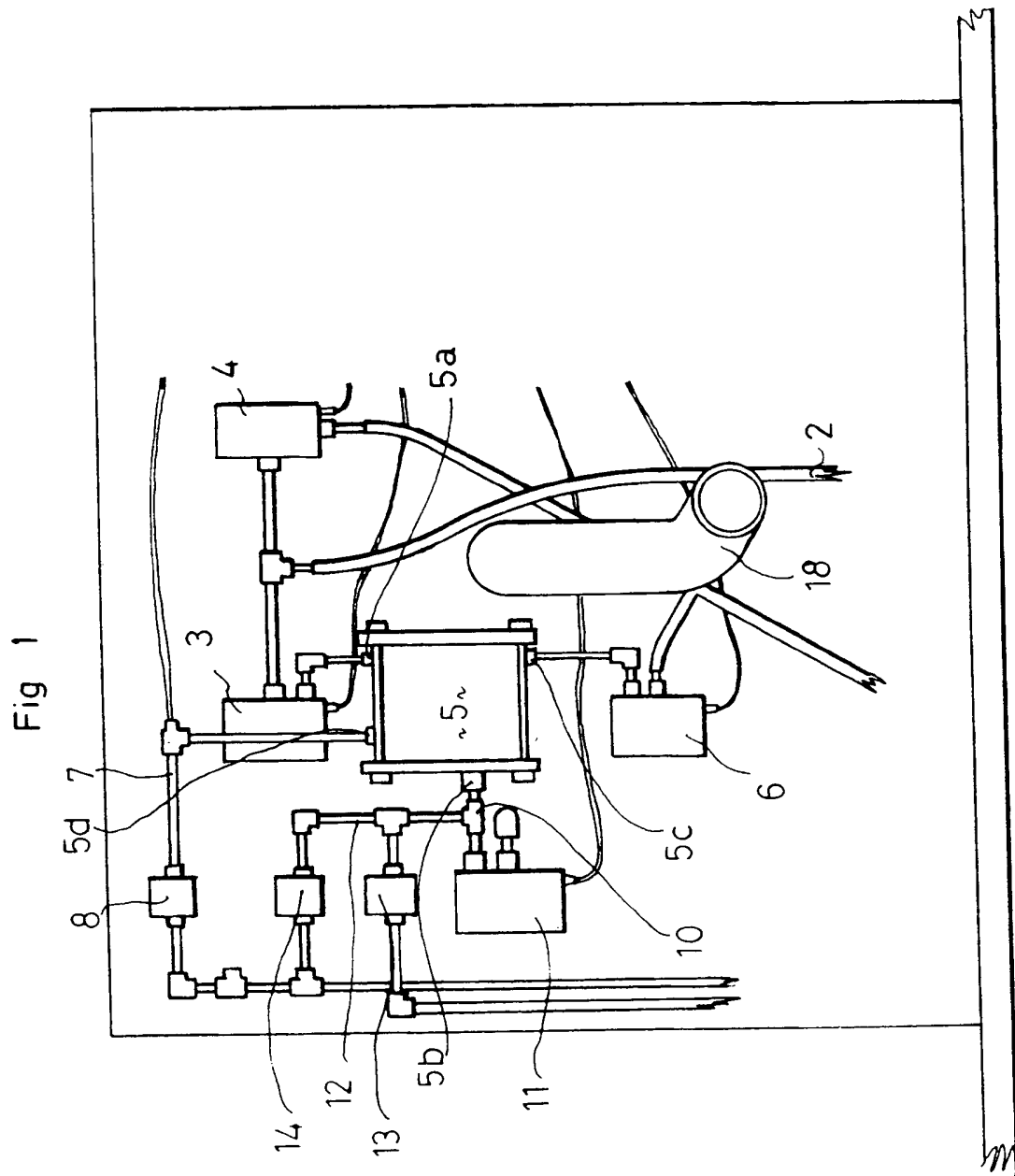
35

40

45

50

55



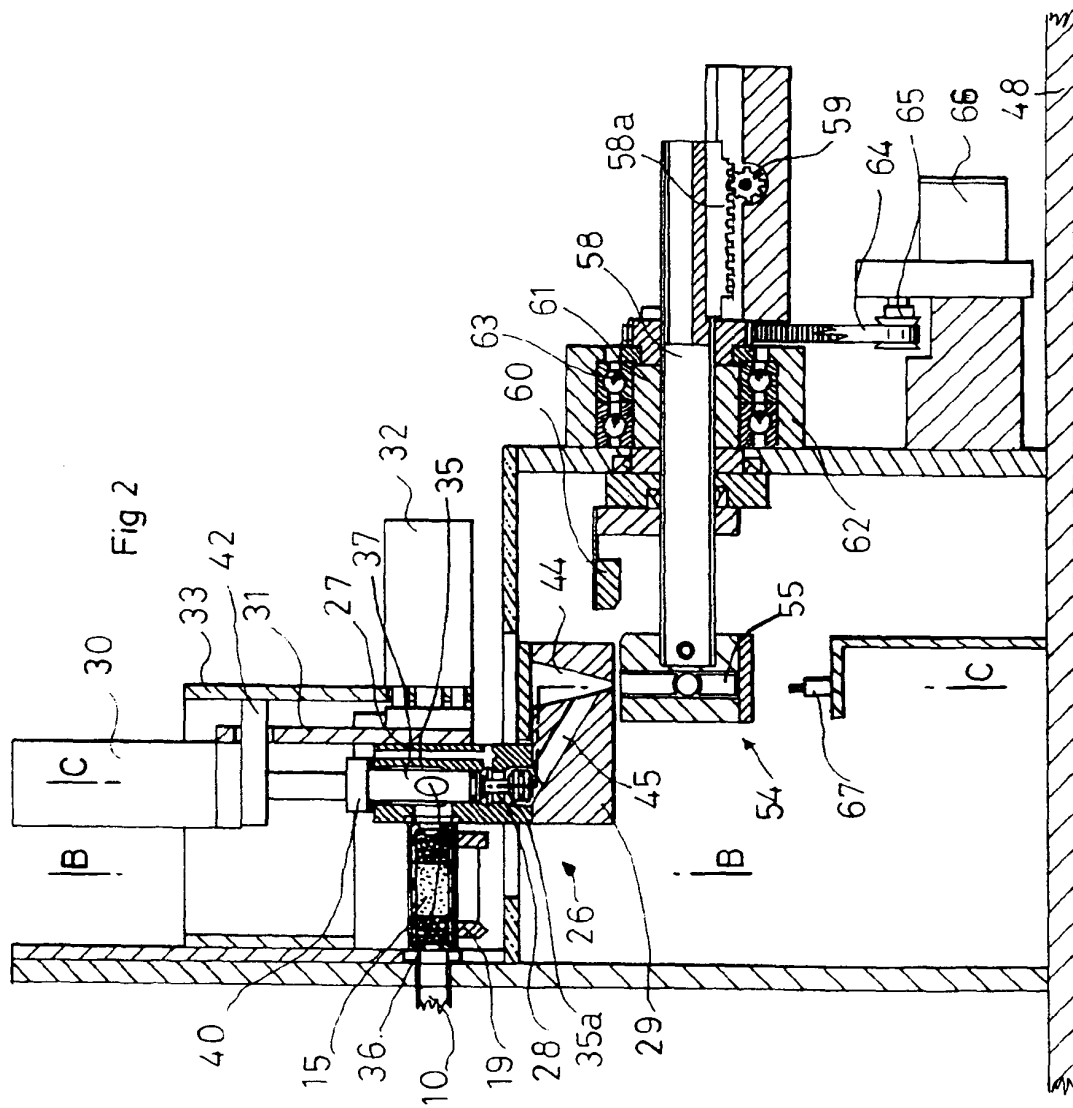
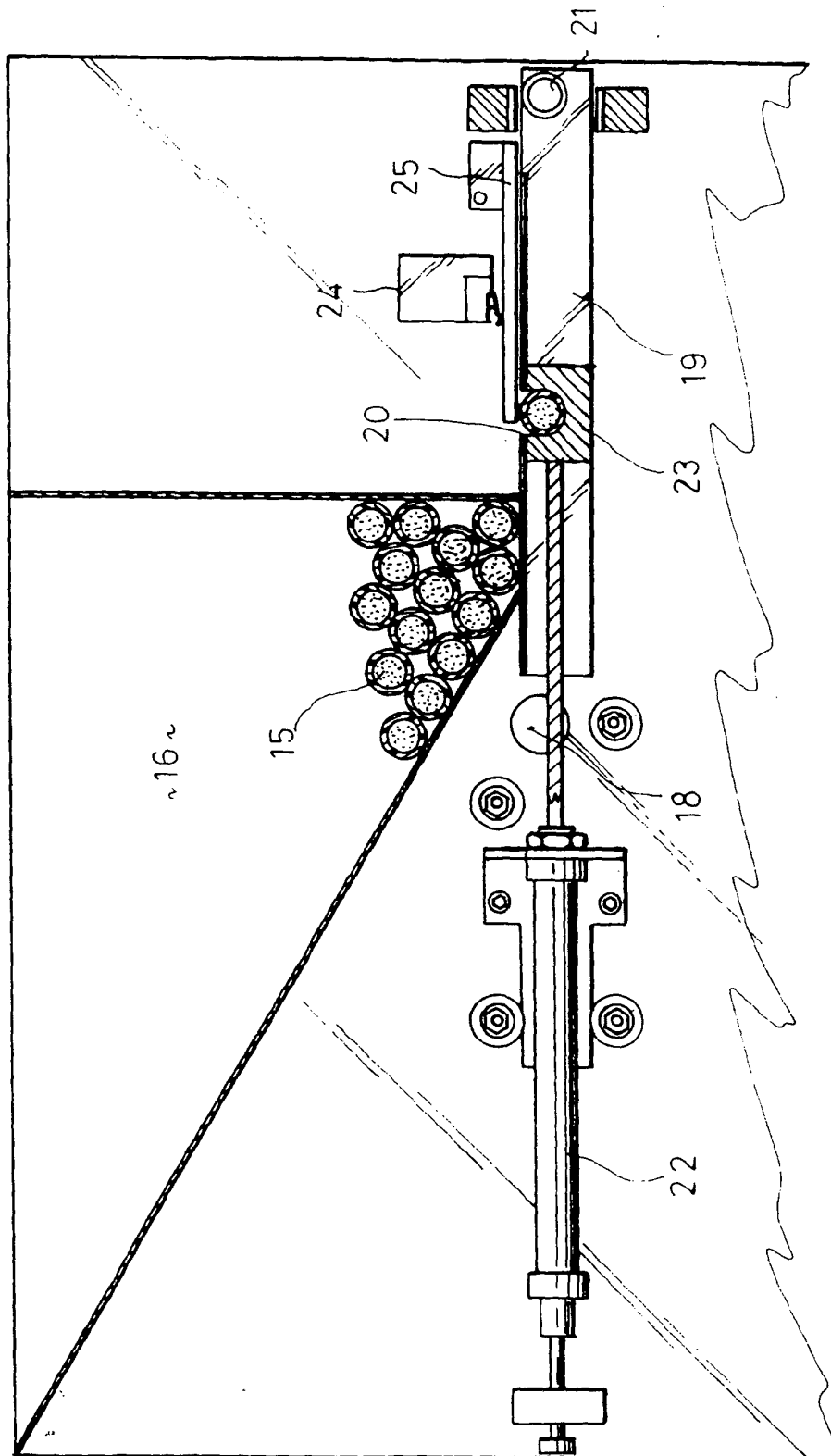


Fig 3



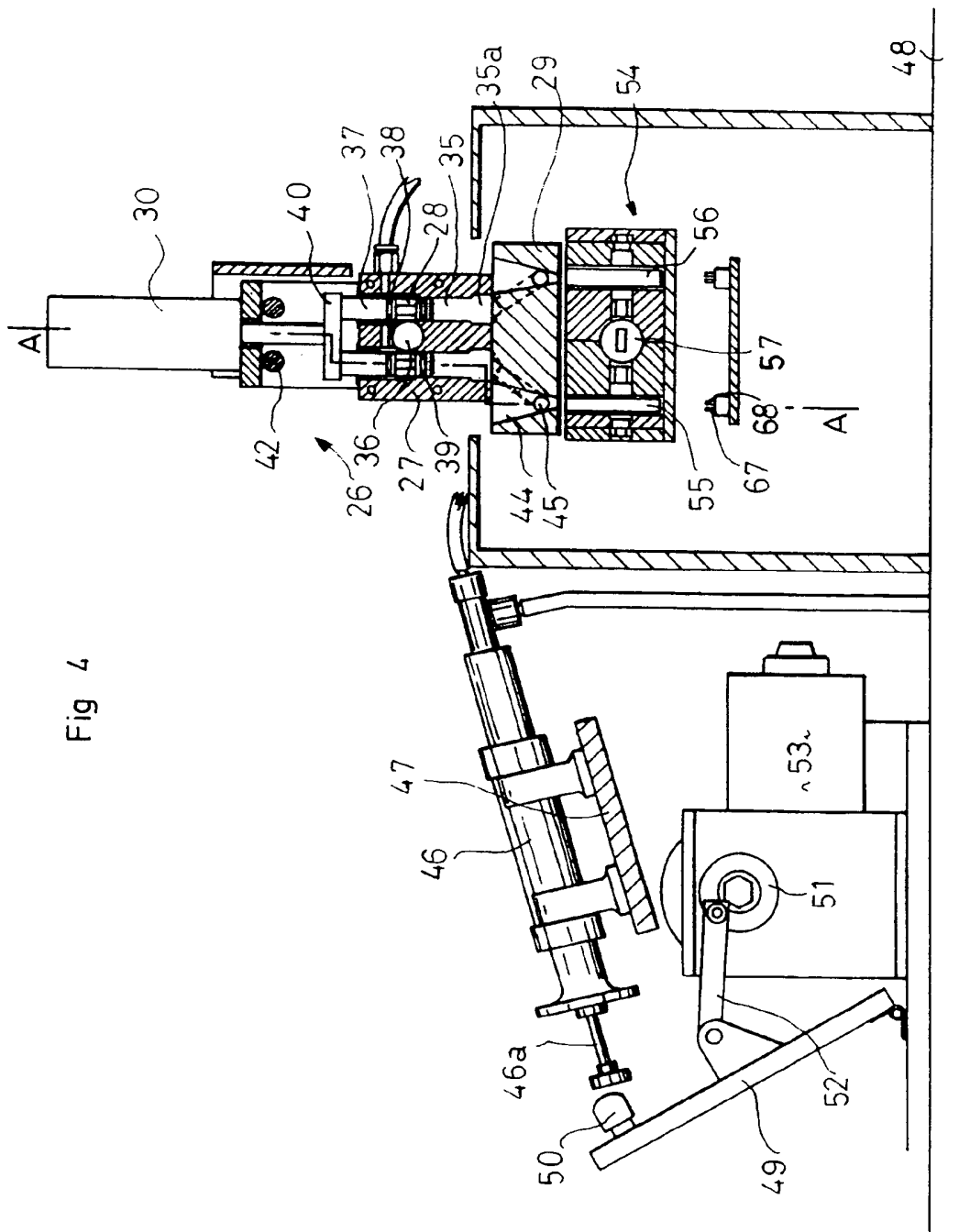




Fig 5

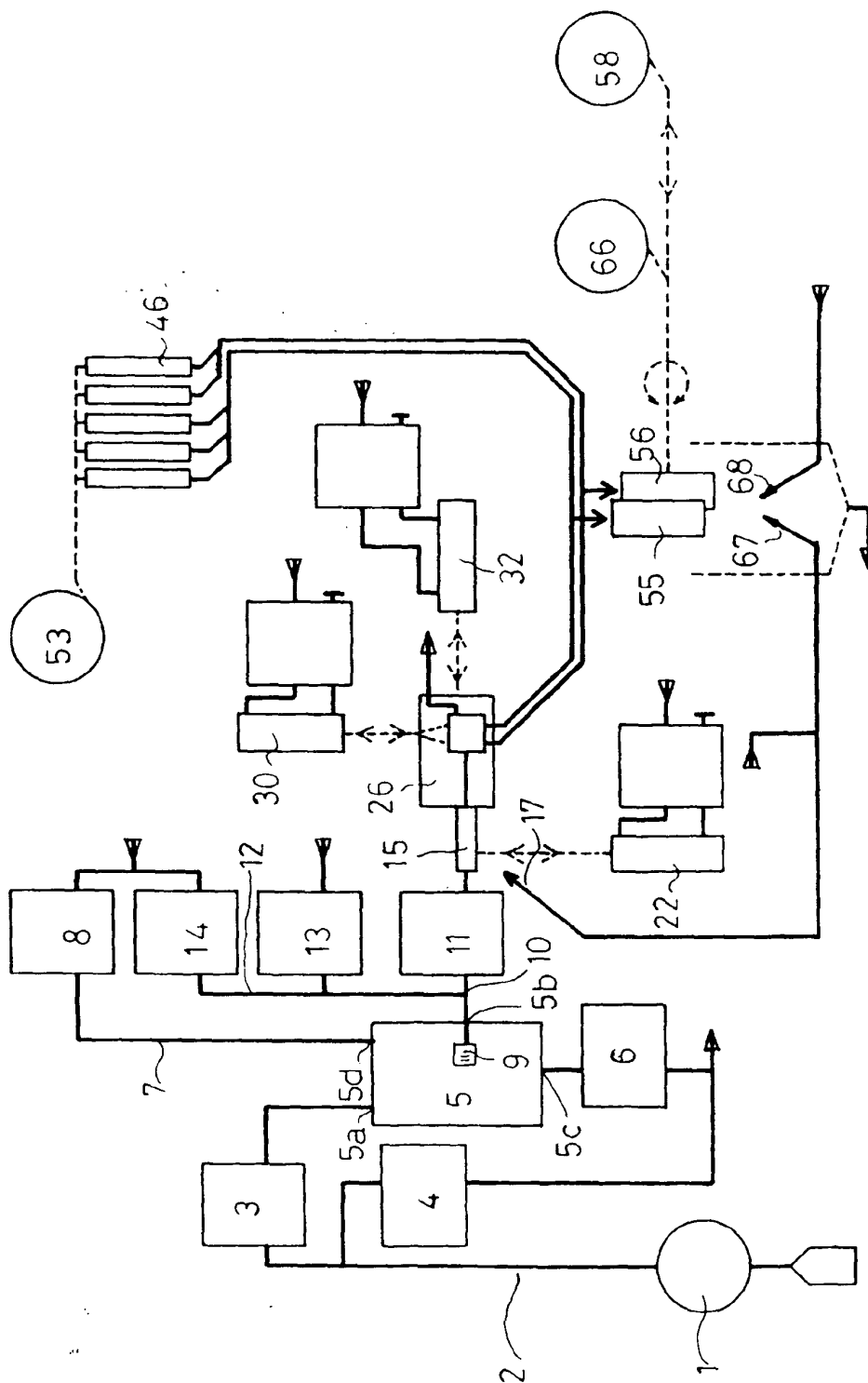
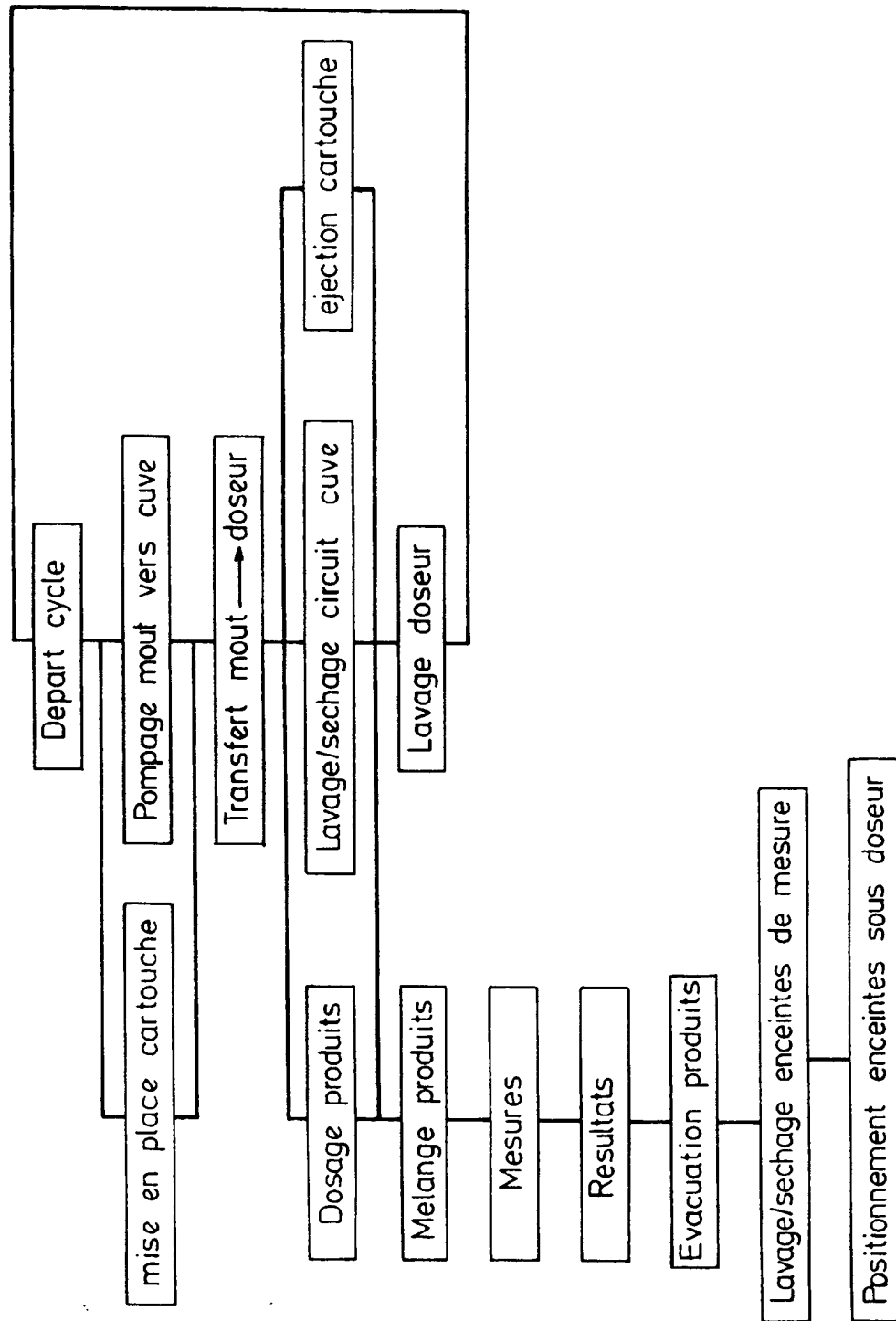


Fig 6





Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 92 40 3094  
PAGE1

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. CL.5)
A	CONAISSANCE DE LA VIGNE ET DU VIN vol. 18, no. 4, 1984, BORDEAUX FR pages 237 - 252 D.DUBOURDIEU ET AL. 'Mise au point d'une mesure rapide de l'activité laccase dans les mouts et dans les vins par la méthode à la syringaldazine. Application à l'appréciation de l'état sanitaire des vendages' * le document en entier * ---	1,2,4-12	C12Q1/26 G01N33/14
A	JOURNAL OF THE SCIENCE OF FOOD AND AGRICULTURE vol. 48, no. 3, 1989, LONDON GB pages 369 - 376 C.GRASSIN ET AL. 'QUANTITATIVE DETERMINATION OF BOTRYTIS LACCASE IN MUSTS AND WINES BY THE SYRINGALDAZINE TEST' * le document en entier * ---	1,2,4-15	
A	JOURNAL CHEMICAL TECHNOLOGY AND BIOTECHNOLOGY vol. 41, no. 3, 1988, OXFORD GB pages 243 - 248 N. ZOUARI ET AL. 'A continuous-flow method for the rapid determination of sanitary quality of grape must at industrial scales' * le document en entier * ---	1,5-8, 17-34	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. CL.5)  C12Q G01N
A	EP-A-0 095 432 (SOCIETE TECHNOLOGIE DIFFUSION FRANCE S.A.R.L.T.D.F. ET AL.) * page 3, alinéa 2 - page 11, alinéa 1 * ---	1,17	
A	DE-B-2 240 661 (C.SCHLIESSMANN KELLEREI CHEMIE KG) * le document en entier * ---	1,3	
-/--			
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche BERLIN		Date d'achèvement de la recherche 02 FEVRIER 1993	Examineur DE KOK A.J.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons Δ : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1503 Q3.82 (P0402)



Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 92 40 3094  
PAGE2

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	DE-A-1 698 260 (SUDDEUTSCHE ZUCKER AG) * le document en entier *	1,17	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche BERLIN		Date d'achèvement de la recherche 02 FEVRIER 1993	Examinateur DE KOK A.J.
<p><b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b></p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul  Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie  A : arrière-plan technologique  O : divulgation non-écrite  P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention  E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date  D : cité dans la demande  L : cité pour d'autres raisons</p> <p>Δ : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 (03.92) (P0402)